

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-188407

(43)Date of publication of application : 23.07.1996

(51)Int.Cl.

C01B 31/04

C01B 31/04

C04B 14/36

C08K 3/04

C09C 1/46

(21)Application number : 07-002627

(71)Applicant : HITACHI CHEM CO LTD

(22)Date of filing : 11.01.1995

(72)Inventor : NISHIDA TATSUYA  
FUJITA ATSUSHI

## (54) FILLER MATERIAL

## (57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a filler material capable of giving same or higher characteristic addition effects as or than those of carbon black even when graphite is used by grinding an expanded graphite molded product at a specific level.

CONSTITUTION: This filler material is obtained by grinding an expanded graphite molded product into particles having particle diameters of  $\leq 1000\mu\text{m}$  and a bulk density of  $\leq 0.5\text{kg/cm}^3$ . Before the expanded graphite molded product is ground, the density of the expanded graphite molded product is preferably  $0.05\text{--}1.8\text{g/cm}^3$  on the points of strength, grinding efficiency, bulk density, etc. The method for grinding the molded product is especially not limited, but an impact grinding method is preferable.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-188407

(43) 公開日 平成8年(1996)7月23日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 1 B 31/04	1 0 1 B			

C 0 4 B 14/36

C 0 8 K 3/04

C 0 9 C 1/46

K A B

P B D

審査請求 未請求 請求項の数2 O L (全 3 頁)

(21) 出願番号 特願平7-2627

(22) 出願日 平成7年(1995)1月11日

(71) 出願人 000004455

日立化成工業株式会社

東京都新宿区西新宿2丁目1番1号

(72) 発明者 西田 達也

茨城県日立市鮎川町3丁目3番1号 日立

化成工業株式会社山崎工場内

(72) 発明者 藤田 淳

茨城県日立市鮎川町3丁目3番1号 日立

化成工業株式会社山崎工場内

(74) 代理人 弁理士 若林 邦彦

(54) 【発明の名称】 フィラー材

(57) 【要約】

【目的】 プラスチックや無機材料に配合して、導電性、熱伝導性、摺動性等を得るために好適なフィラー材を提供する。

【構成】 膨張黒鉛成形体を粉碎し、粒径を1000 $\mu$ m以下及び嵩密度を0.5 g/cm<sup>3</sup>以下としたフィラー材。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 膨張黒鉛成形体を粉砕し、粒径を  $1000\mu\text{m}$  以下及び嵩密度を  $0.5\text{g/cm}^3$  以下としたフィラー材。

【請求項 2】 粉砕前の膨張黒鉛成形体の密度が  $0.05\sim 1.8\text{g/cm}^3$  である請求項 1 記載のフィラー材。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、プラスチックや無機材料に配合して、導電性、熱伝導性、摺動性等を得るために好適なフィラー材に関する。

【0002】

【従来の技術】黒鉛は、炭素の六員環の結晶構造が平面方向に発達した材料であり、所謂炭素材料の中では最も導電性、熱伝導性、摺動性等に優れ、加えて良好な耐熱性及び耐薬品性を有する材料である。黒鉛はその粉末を成形した形態で、これらの優れた特性を利用して、モータ用ブラシ、軸受、シール材、金属蒸着用つば等の各種の摺動材料や耐熱構造部品として利用されている。しかし、黒鉛の粉末が、その優れた導電性や熱伝導性を利用して、異種の材料へこれらの特性を付与するための充填材（フィラー材）として使用されるケースは少ない。導電性や熱伝導性を付与するたの炭素材料としては、一般的にカーボンブラックが使用されているのが現状である。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、カーボンブラックは粉末そのものの導電性、熱伝導性、摺動性等は黒鉛に及ばない。また、カーボンブラックは、通常は石油等の炭化水素を還元系で不完全燃焼させて製造するため、表面に有機質の不純物が多く残存しており、凝集性や付着性が大きく、従って取扱い性が悪い。更に、カーボンブラックは、微粒子の一次粒子が網目状に発達した二次粒子形状をとるものが多いが、相手材に配合する際、その配合条件の違いにより、有効な特性付与の原因となる網目構造が分断され、得られる特性の変化が大きくなる、即ち取扱い性の悪い材料であると云える。

【0004】特開昭 52-59645 号公報には、膨張黒鉛をゴム中に分散させて導電性を向上させた導電性ゴム組成物が示されている。しかし、膨張黒鉛は通常粒径が数ミリ程度と大きく、これを相手材中に分散させて導電性を向上させるために微粉化するには嵩密度が  $0.01\text{g/cm}^3$  程度と小さいため、粉砕効率が悪いという問題点がある。また、通常の天然産鱗状黒鉛も薄片性が大きく、滑り易いために粉砕効率が悪く、また、相手材への分散性が悪く、導電性がそれほど向上しない。本発明は、上記した問題点を解決し、黒鉛でもカーボンブラックと同等以上の特性付与効果を得ることが出来るフィラー材を提供するものである。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明は、膨張黒鉛成形体を粉砕し、粒径を  $1000\mu\text{m}$  以下及び嵩密度を  $0.5\text{g/cm}^3$  以下としたフィラー材に関する。本発明では、膨張黒鉛を成形した膨張黒鉛成形体を用いることにより、粉砕効率を向上させ、微粉化を容易にする。使用する膨張黒鉛は公知の方法により得られるもので、例えば天然黒鉛、キッシュ黒鉛等の結晶の発達した黒鉛を酸化剤の存在下で濃硫酸と反応させて得た黒鉛層間化合物を  $1000^\circ\text{C}$  以上の高温で加熱して得たものが用いられる。粉砕前の膨張黒鉛成形体は密度が  $0.05\sim 1.8\text{g/cm}^3$  の範囲のものであれば、強度、粉砕効率、嵩密度等の点で好ましい。膨張黒鉛を成形する方法については特に制限はなく公知の方法で行われ、例えばロール、プレス等を用いて膨張黒鉛を成形体とすることができる。

【0006】膨張黒鉛成形体を粉砕する方法は、特に制限はないが、衝撃式の粉砕方式が好ましい。本発明では粉砕後の粉末の粒度を  $1000\mu\text{m}$  以下とし、更に嵩密度を  $0.5\text{g/cm}^3$  以下とされる。粉末の粒度が  $1000\mu\text{m}$  を越えると、プラスチックや無機材料に添加した際、表面外観に粒子の残影を生じさせ易い。粒度の下限は特に制限しないが  $0.5\mu\text{m}$  が好ましい。一方粉末の嵩密度が  $0.5\text{g/cm}^3$  を越えると一般の天然黒鉛と同程度となり、目的とする特性付与の効果は得られない。膨張黒鉛成形体を粉砕した粉体の粒径を  $1000\mu\text{m}$  以下及び嵩密度を  $0.5\text{g/cm}^3$  とするには、膨張黒鉛成形体を例えば衝撃式粉砕機で粉砕することにより達成できる。

【0007】

【実施例】次に、本発明の実施例を説明する。

## 実施例 1

セイロン産天然鱗状黒鉛を濃硫酸と濃硝酸との混液で処理して黒鉛層間化合物を得、次いでこれを  $1000^\circ\text{C}$  まで加熱処理して、比容積が  $200\text{cc/g}$  の膨張黒鉛を作製した。この膨張黒鉛をロールにより連続加圧して密度が  $0.5\text{g/cm}^3$  の膨張黒鉛成形体を得た。この成形体を衝撃式粉砕機（ホソカワミクロン製、ピクトリーミル）で粉砕し、平均粒径が  $350\mu\text{m}$  及び嵩密度が  $0.15\text{g/cm}^3$  のフィラー材を得た。

## 【0008】実施例 2

実施例 1 で用いた膨張黒鉛を実施例 1 と同様の方法で加圧して密度が  $1.0\text{g/cm}^3$  の膨張黒鉛成形体を作成し、これを実施例 1 で用いた粉砕機で粉砕し、平均粒径が  $45\mu\text{m}$  及び嵩密度が  $0.11\text{g/cm}^3$  のフィラー材を得た。

## 比較例 1

実施例 1 で用いた膨張黒鉛をボールミルで粉砕して、平均粒径が  $315\mu\text{m}$  及び嵩密度が  $0.58\text{g/cm}^3$  のフィラー材を得た。

## 比較例 2

中国産天然鱗状黒鉛を実施例 1 で用いた粉砕機で粉砕し

て、平均粒径が $4.2\mu\text{m}$ 及び嵩密度が $0.74\text{g/cm}^3$ のフィラー材を得た。

#### 【0009】比較例3

平均粒径が $1\mu\text{m}$ 以下及び嵩密度が $0.17\text{g/cm}^3$ の導電性カーボンブラックをフィラー材とした。次に上記の各実施例及び各比較例で得たフィラー材を、出光石油化学製のポリプロピレン(J3050H)に10重量%及\*

\*び20重量%添加して混合し、その混合物を二軸式の練り込み押出し機を用いて成形用ペレットを作成し、このペレットから射出成形機により板厚3mmの試験片を作成した。この試験片について体積固有抵抗及び熱伝導率を測定した。この結果を表1に示す。

#### 【0010】

#### 【表1】

表 1

	配合割合 (重量%)	体積固有抵抗 ( $\Omega\text{cm}$ )	熱伝導率 ( $\text{cal/sec/cm}^2/^{\circ}\text{C/cm}$ )
実施例1-1	10	$4.3 \times 10^7$	$4.2 \times 10^{-4}$
実施例2-1	10	$1.9 \times 10^6$	$4.0 \times 10^{-4}$
比較例1-1	10	$10^8$ 以上	$3.2 \times 10^{-4}$
比較例2-1	10	$10^8$ 以上	$2.9 \times 10^{-4}$
比較例3-1	10	$10^8$ 以上	$2.3 \times 10^{-4}$
実施例1-2	20	$2.0 \times 10^4$	$5.1 \times 10^{-4}$
実施例2-2	20	$3.6 \times 10^2$	$4.8 \times 10^{-4}$
比較例1-2	20	$8.2 \times 10^6$	$3.8 \times 10^{-4}$
比較例2-2	20	$1.2 \times 10^5$	$3.5 \times 10^{-4}$
比較例3-2	20	$2.6 \times 10^5$	$2.6 \times 10^{-4}$

【0011】なお、体積固有抵抗及び熱伝導率の測定条件は次の通りである。

#### (1) 体積固有抵抗 ( $\Omega\text{cm}$ )

試験片の表裏面に $\phi 3.9\text{mm}$ の大きさに銀ペーストを塗布して電極とし、この間の電気抵抗値Rを測定し、次式により体積固有抵抗 $\rho$ を算出した。

#### 【0012】

#### 【数1】

$$\rho = R \times (W/L)$$

ここで、Wは電極の面積、Lは試験片の厚さである。

#### (2) 熱伝導率 ( $\text{cal/sec/cm}^2/^{\circ}\text{C/cm}$ )

島津製作所製レーザーフラッシュ方式の熱伝導率測定装

置を用いた。

【0013】表1から、実施例のフィラー材は比較例のフィラー材に比べて、同じ量をプラスチックに配合したときに良好な導電性と熱伝導性が得られることが示される。また、本発明のフィラー材がカーボンブラックより優れることが明らかである。

#### 【0014】

30 【発明の効果】本発明になるフィラー材は、プラスチックや無機材料の中に均一に分散することが可能であり、従って、プラスチックや無機材料に配合して、導電性や熱伝導性を向上させることが出来る。